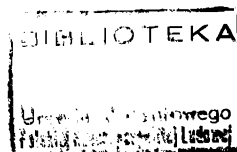


30 stycznia 1926 r.

URZĄD PATENTOWY



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

CD1c 1/04

Nr 2897.

Kl. ~~12 k~~ 3.

„L’Air Liquide” Société Anonyme pour l’Étude et l’Exploitation
des Procédés Georges Claude
(Paryż, Francja).

12A, 1/04

Przygotowanie ciała katalitycznego do syntezy amonjaku.

Zgłoszono 7 października 1920 r.

Udzielono 15 września 1925 r.

Pierwszeństwo: 28 października 1919 r. (Francja).

Kiedy stapia się pręt żelazny lub pręt zwykłej stali, uprzednio zagrzawszy go do białości zapomocą prądu tlenu, wyciekającego z rury o pożądanym większym przekroju, można zauważyć, że wyciekającemu tlenkowi towarzyszy duża stosunkowo ilość stopionego żelaza. Jeżeli zebrać płyn w żelaznym tyglu lub w tyglu magnezjowym, a potem go wylać na płytkę metalową, to żelazo o konsystencji ciasta pozostaje na dnie tygla, a płyn wylany składa się wyłącznie z tlenku żelaza. Przypuszczano dotąd jednoznacznie (patrz na przykład patent francuski Nr 429696 z dn. 13 maja 1911 r.), że ciało to otrzymane w atmosferze utleniającej było tlenkiem żelazawo-żelazowym

$Fe_3 O_4$; ostatecznie ustalono jednak, że to jest tlenek $Fe O$ z małą ilością $Fe_3 O_4$.

Jednakże jest jeszcze możliwem otrzymać zapomocą prostego działania tlenu, tlenek więcej utleniony, zbliżający się do $Fe_3 O_4$. Wystarczy, stosownie do niniejszego wynalazku, skierować prąd tlenu na poprzedni tlenek żelazawy, kiedy ten ostatni jeszcze się topi, ażeby wywołać znaczne podwyższenie temperatury, pochodzące z połączenia świeżej ilości tlenu z tlenkiem.

Powyższe uwagi przedstawiają dużą wartość z punktu widzenia fabrykacji syntetycznego amonjaku zapomocą reagowania katalizatorów na mieszaninę jednej objętości azotu z trzema objętościami wodoru;

mieszanina winna być poddana nadciśnieniu i nagrzana od 500 do 700° C podług patentu francuskiego Nr 503281 z 31 marca 1917 r. na: „Sposób realizacji chemicznych syntez egzotermicznych, tworzących się pod ciśnieniem i pod wysoką temperaturą”. Rzeczywiście, podczas gdy pierwszy produkt utlenienia jest bardzo złym katalizatorem, dającym pod ciśnieniem około 1000 atmosfer — procent amonjaku od 1⁰/₀₀ do 1 lub 2%, — związek otrzymany przy topieniu pręta tlenku pod działaniem złożonym płomienia tlenowego i prądu tlenu daje wogóle w tych samych warunkach ciśnienia i temperatury procentowość dochodzącą od 10 do 15%. Ale nawet przy stosowaniu gazów reagujących bardzo czystych, katalizator jest bardzo nietrwały, przyczem procentowość amonjaku spada po kilku godzinach do połowy swej wartości.

Wskutek tego zadawalniającego rezultatu zmienionym został tryb działania w sposób następujący:

Tlenek żelaza, zmieszany ze stopionem żelazem, ściekającym z pręta żelaza pod działaniem prądu tlenu, zbiera się w tyglu magnezjowym. Kiedy zbierze się pewna ilość, kilka kilogramów naprzykład, kieruje się na stopione ciało prąd tlenu bardzo energiczny, aż do wytworzenia żarzenia się całej masy. Ma miejsce ogromne podniesienie się temperatury z powodu spalania się żelaza metalicznego, jak również z powodu dalszego utleniania się tlenku żelaza. To podniesienie się temperatury jest tak znaczne, że większa część magnezji tygla roztopia się w cieczy, co wywołuje konieczność uciec się do ciała bardziej odpornego, niż magnezja. Otrzymane ciało, wylane na płytkę żelazną, przedstawia doskonały katalizator do fabrykacji amonjaku, dający pod ciśnieniem 1000 atmosfer i 600° C oraz przy znacznej wydajności, sięgającej 100 litrów na centymetr sześcienny katalizatora i na

godzinę — 25 do 30% amonjaku, która to ilość odpowiada połączeniu się 40 do 50% gazów reagujących.

Lecz trwałość tego katalizatora jest jeszcze słabą, procentowość zaś otrzymana obniża się o połowę wartości po 10 do 15 godzinach przy długości ciała katalitycznego 10 centymetrów w rurze reakcyjnej.

Jak widać, powyższy tryb postępowania przedstawia, z racji osiągniętej wysokiej temperatury i żarzenia energicznego, środek bardzo potężny i nieoczekiwany do topienia, aż do stanu płynnego w tlenku żelaza ciał najtrudniej topliwych.

Ciekawem było zobaczyć, co wyniknie z dodania wapna. 5 do 10% wapna dodaje się kolejno po sobie porcjami do tygla podczas napełniania go stopionym tlenkiem żelazawym; prąd tlenu o dużym przekroju puszcza się następnie na topiące się ciało z dosyć dużą szybkością, ażeby wytworzyć żarzenie; wapno stapia się szybko, niekiedy z bulgotaniem. Utlenianie winno być posunięte tem dalej, im więcej metal posiada szkodliwych zanieczyszczeń i winno być zatrzymane w punkcie, kiedy powierzchnia zaczyna tężeć. W wypadku przeciwnym można zatrzymać działanie, kiedy mieszanina jest równomierną i kiedy żelazo o konsystencji ciasta zniknęło z dna tygla zamieniając się w tlenek. Jednakże maximum utleniania, to znaczy posunięte aż do chwili, kiedy powierzchnia zaczyna tężeć, może być uskutecznione wogóle z łatwością i jest prawie zawsze pożądanem, tak ze względu na trwałość katalizatora, jak ze względu na osiągnięty procent amonjaku. Materiał otrzymany formuje się w płytki i tłucze się. Przedstawia on katalizator, który obok energicznego początkowego działania, posiada trwałość sięgającą kilkaset godzin przed obniżeniem się procentowości do połowy. Tlenki alkaliczne mogą być z powodzeniem dodane w małej proporcji do wapna.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób przygotowania ciała katalitycznego do syntezy amoniaku przez nadciśnienie, znamienne nadciśnieniem wytworzonym przez równomierne połączenie tlenku żelaza i wapna.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienne tem, że połączenia tlenku żelaza i wapna mogą zawierać ewentualnie małe ilości magnezji lub tlenków alkalicznych.

3. Wykonanie sposobu według zastrz. 1 i 2, znamienne tem, że sposób ten wykonywa się w dwóch działaniach, przyczem w pierwszym działaniu topi się pod prądem tlenu uprzednio nagrzany na swym końcu do białości pręt żelazny; zbiera się w tyglu magnezjowym płyn mieszany tlenku żelaza-

zawego i stopionego żelaza, dodaje się w tymże czasie odpowiednią ilość sproszkowanego wapna, ażeby otrzymać pożądaną procentowość, na przykład 10% wapna; w drugim zaś działaniu kieruje się na stopioną mieszaninę, wytworzoną w pierwszym działaniu, szybki prąd tlenu, ażeby wywołać energiczne żarzenie stopionej masy i działanie tlenu posuwa się, aż do chwili, kiedy ciało zaczyna tężeć na powierzchni lub też ewentualnie, jeżeli surowe ciała są wolne od zanieczyszczeń, do stopienia całkowitego.

„L'Air Liquide“ Société Anonyme
pour l'Étude et l'Exploitation
des Procédés Georges Claude.

Zastępca: I. Myszczyński,
rzecznik patentowy.